

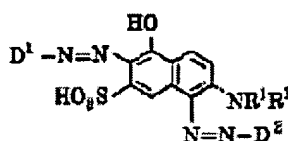
2002/D-505
Abs**BISAZO COMPOUND AND METHOD OF DYEING OR PRINTING FIBER MATERIAL THEREWITH**

Patent number: JP8060017
Publication date: 1996-03-05
Inventor: SASAKI SHIGERU; OMURA TAKASHI; WASHIMI TAKESHI
Applicant: SUMITOMO CHEM CO LTD
Classification:
- international: C09B62/513
- european:
Application number: JP19940198313 19940823
Priority number(s):

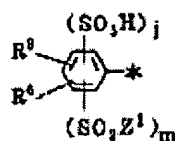
Abstract of JP8060017

PURPOSE: To dye or print, e.g. a cellulosic fiber material to an orange or red color to obtain a deep-colored dyed piece excellent in various fastnesses by performing the dyeing or printing with a bisazo compound having a specified chemical structure.

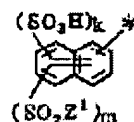
CONSTITUTION: This compound in the form of a free acid is represented by formula I (wherein R¹ is H, lower alkyl or lower acyl; D¹ is formula II or III; D² is formula IV or V; * is a bond to an azo group; R<3> to R<6> are each H, lower alkyl, lower alkoxy, chloro, bromo or carboxy; Z<2> is -CH-CH₂ or -CH₂CH₂ Y; Y is a group which can be eliminated with an alkali; j and j' are each 0-2; k and k' are each 0-3; m and n are each 0 or 1; and m+n>=1). A natural or synthetic polyamide fiber material or a polyurethane fiber material is dyed by allowing the material to exhaust the dye from an acidic or weakly acidic dye bath at a controlled pH and fixing the dye on the material by neutralization or alkalization. The dyeing is usually performed at 60-120 deg.C. This compound exhibits excellent performance for a hydroxyl group and/or amide group containing material.



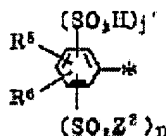
I



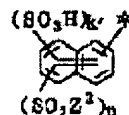
II



III



IV



V

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-60017

(43) 公開日 平成8年(1996)3月5日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 0 9 B 62/513

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願平6-198313

(22) 出願日 平成6年(1994)8月23日

(71) 出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 佐々木 繁

大阪市此花区春日出中3丁目1番98号 住

友化学工業株式会社内

(72) 発明者 尾村 隆

大阪市此花区春日出中3丁目1番98号 住

友化学工業株式会社内

(72) 発明者 鷺見 武志

大阪市此花区春日出中3丁目1番98号 住

友化学工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 久保山 隆 (外1名)

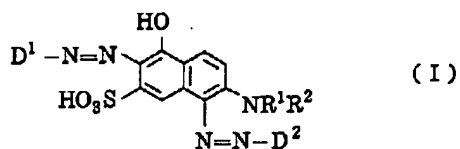
(54) 【発明の名称】 ビスアゾ化合物およびそれを用いて繊維材料を染色または捺染する方法

(57) 【要約】

て繊維材料を染色または捺染する方法。

【目的】 セルロース繊維材料等をオレンジ色ないし赤色に染色または捺染し、諸堅牢度に優れた濃色の染色物を与えるのに有効なビスアゾ化合物を提供する。

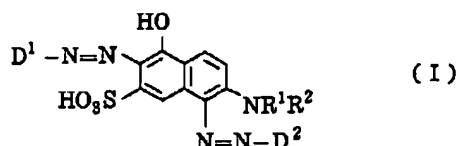
【構成】 遊離酸の形で式 (I)



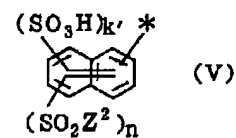
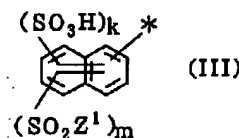
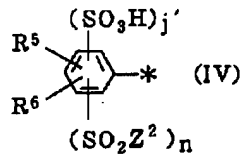
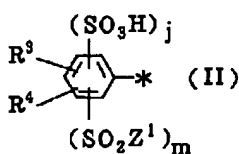
〔式中、 R^1 は水素、低級アルキルまたは低級アシルを、 R^2 は水素または低級アルキルを、 D^1 および D^2 は互いに独立に、スルホ、低級アルキル、低級アルコキシ、クロロ、ブロモもしくはカルボキシで置換されてもよいフェニル、またはスルホで置換されてもよいナフチルを表し、 D^1 および D^2 の少なくとも一方はさらにビニルスルホン系の反応基を有し、ただし、 R^1 および R^2 がともに水素で、 D^1 が反応基を有しないフェニルの場合、そのフェニルに置換するスルホの数は0または1である〕で示されるビスアゾ化合物、およびそれを用い

【特許請求の範囲】

【請求項1】遊離酸の形で下記一般式（I）



〔式中、 R^1 は水素、低級アルキルまたは低級アシルを表し； R^2 は水素または低級アルキルを表し； D^1 は下記一般式（II）または（III）、 D^2 は下記一般式（IV）または（V）



で示される基を表し、ここで、*印はアゾ基への結合を表し、

R^3 、 R^4 、 R^5 および R^6 は互いに独立に、水素、低級アルキル、低級アルコキシ、クロロ、ブロモまたはカルボキシを表し、

Z^1 および Z^2 は互いに独立に、基 $-\text{CH}=\text{CH}_2$ または $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Y}$ を表し、ここに Y はアルカリの作用により脱離する基であり、

j および j' は互いに独立に 0～2 の整数を表し、

k および k' は互いに独立に 0～3 の整数を表し、

m および n は互いに独立に 0 または 1 を表すが、 $m+n \geq 1$ であり、

ただし、 R^1 および R^2 がともに水素であり、 D^1 が一般式（II）で示され、 m が 0 である場合には、 j は 0 または 1 である〕で示されるビスアゾ化合物。

【請求項2】 R^1 および R^2 がともに水素である請求項1に記載の化合物。

【請求項3】 R^1 および R^2 の一方が水素であり、他方が低級アルキルである請求項1に記載の化合物。

【請求項4】 m が 1 であり、 R^3 および R^4 が互いに独立に、水素、メチルまたはメトキシである請求項1～3のいずれかに記載の化合物。

【請求項5】 n が 1 であり、 R^5 および R^6 が互いに独立に、水素、メチルまたはメトキシである請求項1～3のいずれかに記載の化合物。

【請求項6】 D^1 がアゾ基のオルト位にスルホを持つ請求項1～5のいずれかに記載の化合物。

【請求項7】 Z^1 および Z^2 が互いに独立に、基 $-\text{CH}=\text{CH}_2$ または $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OSO}_3\text{H}$ である請求項1～6

のいずれかに記載の化合物。

【請求項8】 D^1 が一般式（II）で示され、 D^2 が一般式（IV）で示され、 $0 \leq j + j' \leq 2$ である請求項1～7のいずれかに記載の化合物。

【請求項9】 D^1 が一般式（III）で示され、 D^2 が一般式（IV）で示され、 $0 \leq k + j' \leq 3$ である請求項1～7のいずれかに記載の化合物。

【請求項10】請求項1～9のいずれかに記載のビスアゾ化合物を繊維材料に適用することを特徴とする繊維材料を染色または捺染する方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、ヒドロキシル基および／またはアミド基を含有する材料、特にセルロース繊維、天然または合成ポリアミド繊維、ポリウレタン繊維、皮革など、さらにはこれらのいずれかを含む混紡繊維を染色および捺染するのに適し、耐光堅牢、耐汗日光堅牢、耐湿潤堅牢かつ耐塩素堅牢なオレンジ色ないし赤色の濃色染色を可能にする改良された化合物、ならびにその適用に関する。

【0002】

【従来の技術】分子構造中にビスアゾ型骨格を有する反応染料は、例えば特開昭 50-2724号公報、特開平 1-289 868 号公報などにおいて公知である。しかしこれらの染料は、染色性能面、例えば染着率、均染性、ビルドアップ性、染色速度などにおいて、また溶解度などにおいて十分でなく、さらには堅牢度面、例えば耐光堅牢度、耐塩素堅牢度などにおいても十分でなく、これらのレベルアップが望まれている。

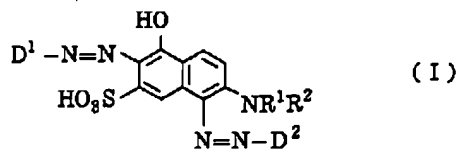
【0003】

【発明が解決しようとする課題】一方、ヒドロキシル基および／またはアミド基を含有する材料をオレンジ色ないし赤色に染色または捺染しうる公知の反応染料は、濃色に染める性能において満足できるレベルになく、また染色堅牢度、とりわけ耐光堅牢度および耐塩素堅牢度において満足できるレベルにない。本発明者らは、鋭意これら諸性能のレベルアップに努めた結果、改良された性質を示す新規なビスアゾ化合物を見出した。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は、遊離酸の形で下記一般式（I）

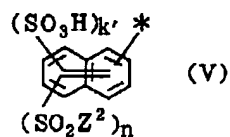
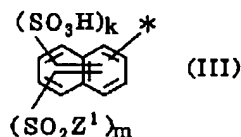
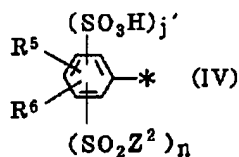
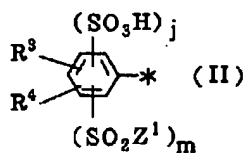
【0005】



【0006】〔式中、 R^1 は水素、低級アルキルまたは低級アシルを表し； R^2 は水素または低級アルキルを表し； D^1 は下記一般式（II）または（III）、 D^2 は下記

一般式 (IV) または (V)

【0007】



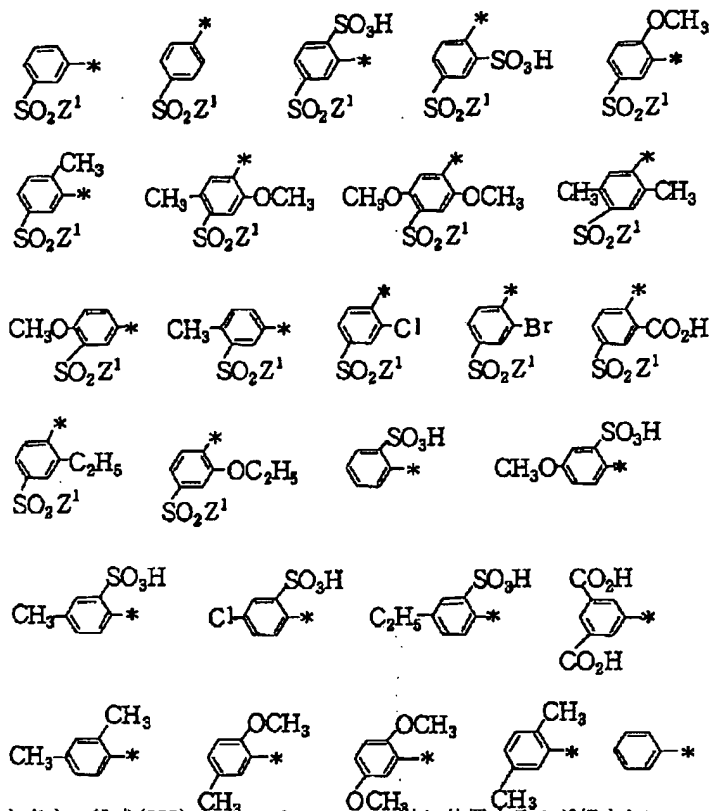
【0008】で示される基を表し、ここで、*印はアゾ基への結合を表し、 R^3 、 R^4 、 R^5 および R^6 は互いに独立に、水素、低級アルキル、低級アルコキシ、クロロ、ブロモまたはカルボキシを表し、 Z^1 および Z^2 は互いに独立に、基 $-\text{CH}=\text{CH}_2$ または $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Y}$ を表し、ここに Y はアルカリの作用により脱離する基であり、 j および j' は互いに独立に $0 \sim 2$ の整数を表し、 k および k' は互いに独立に $0 \sim 3$ の整数を表し、 m および n は互いに独立に 0 または 1 を表すが、 $m+n \geq 1$ であり、ただし、 R^1 および R^2 がともに水素であり、 D^1 が一般式 (II) で示され、 m が 0 である場合には、 j は 0 または 1 である) で示されるビスアゾ化合物、およびそれを用いて繊維材料を染色または捺染する方法を提供するものである。

【0009】一般式 (I) において、 R^1 は水素、低級アルキルまたは低級アシルであり、アルキルとしては、

炭素数 $1 \sim 4$ の直鎖または分枝状アルキルが挙げられ、アシルとしては、炭素数 $1 \sim 4$ の直鎖または分枝状アシル、それもモノまたはジカルボン酸の1価基が挙げられ、例えばアセチル、プロピオニル、3-カルボキシ-2-プロペノイルなどを包含する。 R^2 は水素または低級アルキルであり、アルキルとしては、炭素数 $1 \sim 4$ の直鎖または分枝状アルキルが挙げられる。 R^1 および R^2 の組合せとしては、両方が水素であるか、あるいは、一方が水素で、他方が炭素数 $1 \sim 4$ の直鎖または分枝状のアルキルである場合が好ましい。なかでも、一方が水素で、他方が水素、メチルまたはエチルである場合が好ましい。

【0010】一般式 (I) 中の D^1 を表す一般式 (II) において、 R^3 および R^4 は互いに独立に、水素、低級アルキル、低級アルコキシ、クロロ、ブロモまたはカルボキシであり、アルキルとしては、炭素数 $1 \sim 4$ の直鎖または分枝状アルキルが、またアルコキシとしては、炭素数 $1 \sim 4$ の直鎖または分枝状アルコキシが挙げられる。 R^3 および R^4 は特に、 $m=0$ の場合には互いに独立に、水素、メチル、メトキシまたはカルボキシであるのが好ましく、 $m=1$ の場合には互いに独立に、水素、メチルまたはメトキシであるのが好ましい。また、 j は 1 であるのが好ましく、この場合のスルホは、アゾ基のオルト位に位置するのが好ましい。一般式 (II) で示される基の具体例としては、次のようなものが挙げられ、ここで*印および Z^1 は前記と同じ意味を表す。

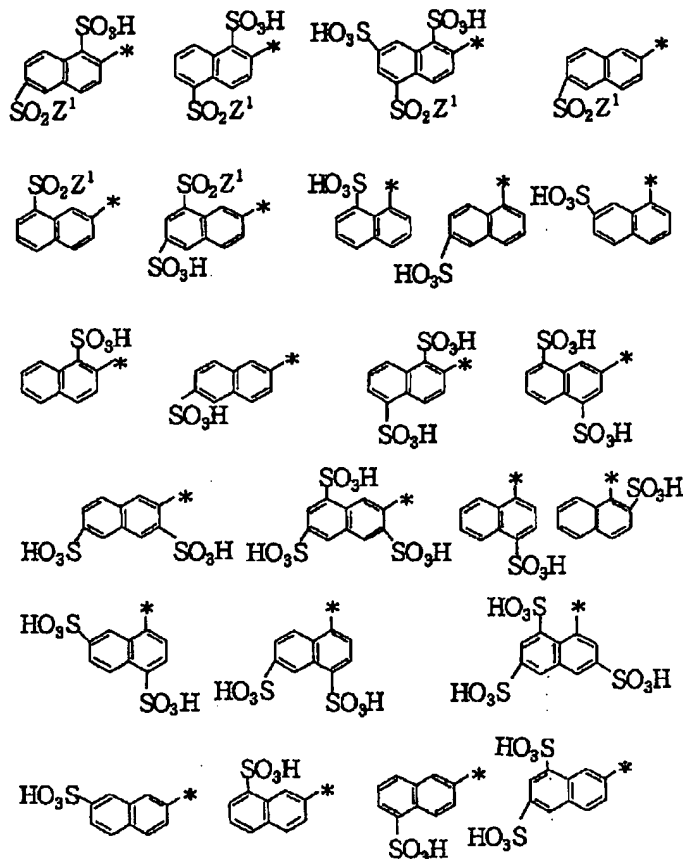
【0011】



【0012】また D^1 を表す一般式(III)において、 $m=0$ の場合には、 k は2または3であるのが好ましく、 $m=1$ の場合には、 k は1または2であるのが好ましい。それぞれの場合、スルホの1個は、アゾ基のオルト

位に位置するのが好ましい。一般式(III)で示される基の具体例としては、次のようなものが挙げられ、ここで*印および Z^1 は前記と同じ意味を表す。

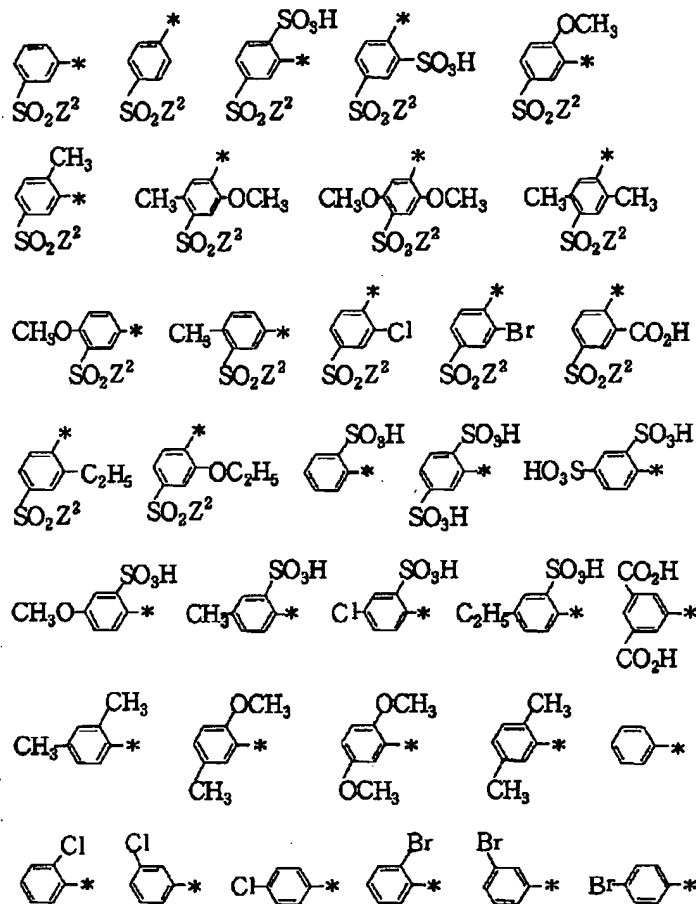
【0013】



【0014】一般式 (I) 中の D^2 を表す一般式 (IV) において、 R^5 および R^6 は、互いに独立に、水素、低級アルキル、低級アルコキシ、クロロ、プロモまたはカルボキシであり、アルキルとしては、炭素数 1~4 の直鎖または分枝状アルキルが、またアルコキシとしては、炭素数 1~4 の直鎖または分枝状アルコキシが挙げられる。 R^5 および R^6 は特に、 $n=0$ の場合には互いに独

立に、水素、メチル、メトキシ、クロロ、プロモまたはカルボキシであるのが好ましく、 $n=1$ の場合には互いに独立に、水素、メチルまたはメトキシであるのが好ましい。なかでも $n=1$ の場合が好ましい。一般式 (IV) で示される基の具体例としては、次のようなものが挙げられ、ここで * 印および Z^2 は前記と同じ意味を表す。

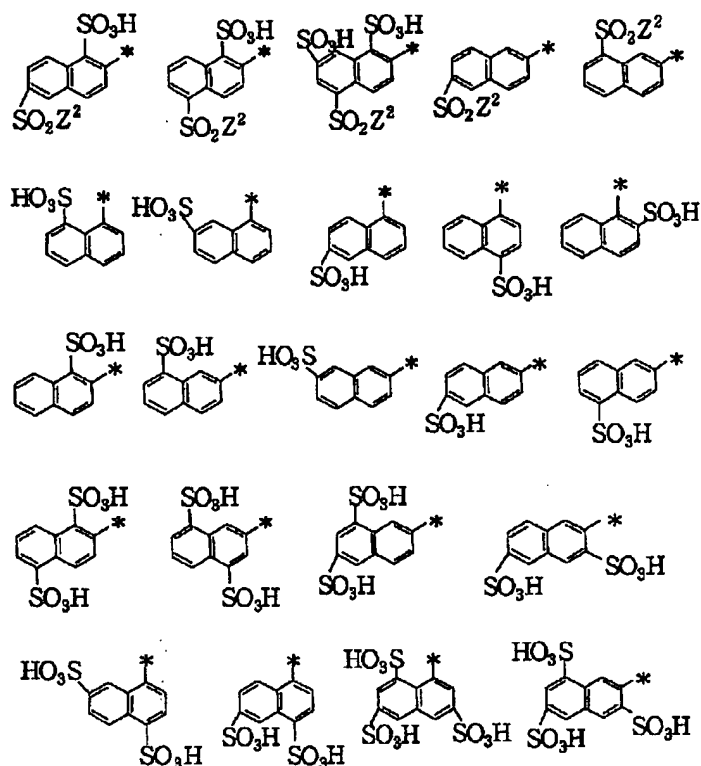
【0015】



【0016】同じく D^2 を表す一般式(V)において、 $n=0$ の場合には、 k' は2または3であるのが好ましく、 $n=1$ の場合には、 k' は1または2であるのが好ましい。なかでも $n=1$ の場合が好ましい。一般式

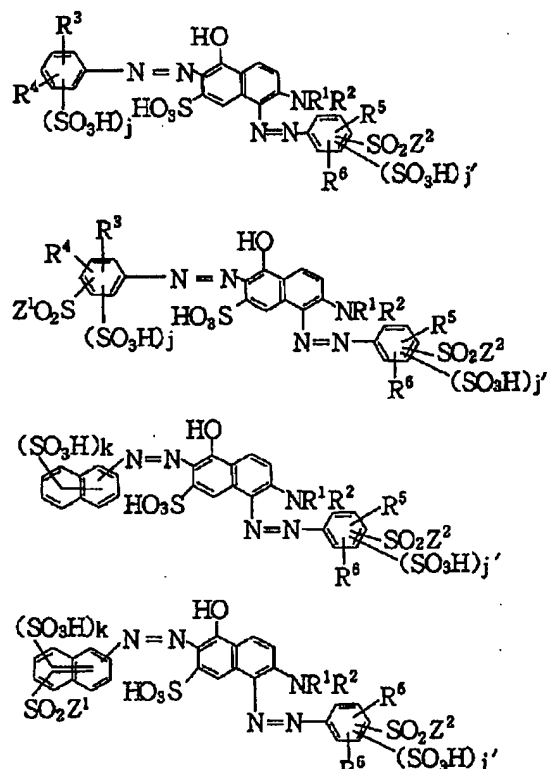
(V)で示される基の具体例としては、次のようなものが挙げられ、ここで*印および Z^2 は前記と同じ意味を表す。

【0017】



【0018】 D^1 および D^2 の好ましい組合せとしては、 $m=0$ で、 $n=1$ の場合、および $m=n=1$ の場合が挙げられる。かかる組合せのなかでも、 D^1 が一般式(II)で示され、 D^2 が一般式(IV)で示され、 $0 \leq j + j' \leq 2$ である場合および、 D^1 が一般式(III)で示され、 D^2 が一般式(IV)で示され、 $0 \leq k + j' \leq 3$ である場合が好ましい。このような好ましい組合せによる一般式(1)のビスアゾ化合物は、次の各式で示され、式中、 $R^1 \sim R^6$ 、 Z^1 、 Z^2 、 j 、 j' および k は前記と同じ意味を表すが、 j 、 j' および k は上記の条件を満たす。

【0019】



【0020】一般式(1)中の D^1 または D^2 を表す一般式(II)～(V)において、 Z^1 および Z^2 は互いに独立に、基 $-\text{CH}=\text{CH}_2$ または $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Y}$ であり、ここに Y はアルカリ的作用により脱離する基であ

る。Yで表されるアルカリの作用により脱離する基としては、例えば硫酸エステル、チオ硫酸エステル、リン酸エステル、酢酸エステル、ハロゲンなどが挙げられる。 Z^1 および Z^2 の好ましいものとしては、基 $-CH=CH_2$ 、 $-CH_2CH_2Cl$ および、便宜上遊離酸の形で表すが、その塩であってもよい基 $-CH_2CH_2OSO_3H$ が例示され、とりわけ、基 $-CH=CH_2$ および遊離酸の形で表して基 $-CH_2CH_2OSO_3H$ が好ましい。

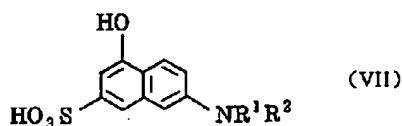
【0021】本発明化合物は、遊離酸またはその塩の形で存在し、特にアルカリ金属塩およびアルカリ土類金属塩が好ましく、なかでも、ナトリウム塩、カリウム塩およびリチウム塩が好ましい。

【0022】本発明化合物は、例えば次のようにして製造することができる。すなわち、一般式 (VI)

【0023】 D^2-NH_2 (VI)

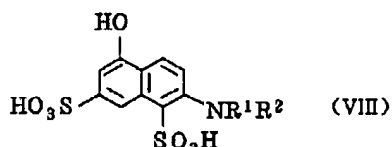
【0024】(式中、 D^2 は前記と同じ意味を表す) で示される芳香族アミンを常法に従ってジアゾ化した後、遊離酸の形で一般式 (VII)

【0025】



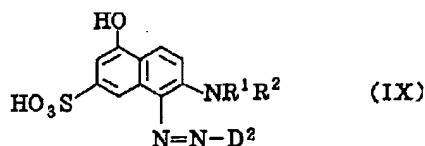
【0026】(式中、 R^1 および R^2 は前記と同じ意味を表す) で示される7-アミノ-4-ヒドロキシナフタレン-2-スルホン酸系化合物、または遊離酸の形で一般式 (VIII)

【0027】



【0028】(式中、 R^1 および R^2 は前記と同じ意味を表す) で示される2-アミノ-5-ヒドロキシナフタレン-1, 7-ジスルホン酸系化合物と、酸性条件下でカップリングさせて、遊離酸の形で一般式 (IX)

【0029】



【0030】(式中、 R^1 、 R^2 および D^2 は前記と同じ意味を表す) で示されるモノアゾ化合物とし、続いてこのモノアゾ化合物を、一般式 (X)

【0031】 D^1-NH_2 (X)

【0032】(式中、 D^1 は前記と同じ意味を表す) で示される芳香族アミンを常法に従ってジアゾ化したもの

とカップリングさせることにより、製造することができる。

【0033】第一段階のカップリングは、温度 $-10 \sim 30^\circ C$ で、酸性下、好ましくは $pH 0.5 \sim 4$ にて、 $2 \sim 10$ 時間かけて行うことができる。一方、第二段階のカップリングは、温度 $0 \sim 50^\circ C$ で、弱酸性ないし弱アルカリ性、好ましくは $pH 4 \sim 8$ にて、 $1 \sim 12$ 時間かけて行うことができる。

【0034】一般式 (VI) \sim (X) で示される出発化合物は、反応条件次第で酸および/または塩の形で使用することができ、殊にアルカリ金属塩として存在し、またこの形で使用されるのが好ましい。

【0035】上記のようにして製造した本発明化合物は、一般に公知の方法により取り出すことができる。例えば、塩化ナトリウムや塩化カリウムのような電解質による塩析、反応溶液からの溶媒の蒸発、例えば噴霧乾燥などにより、固体として取り出すことができる。

【0036】本発明化合物は繊維反応性を有し、ヒドロキシル基含有またはアミド基含有材料の染色または捺染に使用することができる。特に、ヒドロキシル基含有またはアミド基含有繊維材料、あるいはこれらのいずれかを含む混紡繊維材料に対して好適に適用される。

【0037】ヒドロキシル基含有材料は、天然または合成ヒドロキシル基含有材料であることができ、例えばセルロース繊維材料またはその再生生成物、ポリビニルアルコールなどを包含する。セルロース繊維材料としては、木綿、あるいはその他の植物繊維、例えばリネン、麻、ジュートおよびラミー繊維が好ましい。再生セルロース繊維は、例えばビスコース・ステープル、フィラメントビスコースなどである。アミド基含有材料は、天然または合成ポリアミド、ポリウレタン、皮革などを包含する。特に繊維の形のもの、例えば羊毛、その他の動物毛、絹などの天然ポリアミド繊維、ポリアミド-6、6、ポリアミド-6、6、ポリアミド-11、ポリアミド-4などの合成ポリアミド繊維が挙げられる。

【0038】本発明化合物は、上述のような材料、特に繊維材料を、物理的、化学的性状に応じた方法で染色または捺染することができる。

【0039】例えばセルロース繊維材料を吸尽染色する場合、中性塩、例えば芒硝または食塩の存在下に、炭酸ナトリウム、第三リン酸ナトリウム、水酸化ナトリウム、重炭酸ナトリウムのような酸結合剤を加え、所望により溶解助剤、浸透剤、均染剤などを併用し、 $100^\circ C$ 以下の温度で行われる。染料の吸尽を促進する中性塩は、本来の染色温度に達した後に初めて、またはそれ以前に、場合によっては分割して添加することができる。パジニング法に従ってセルロース繊維材料を染色する場合は、室温またはそれ以上の温度でパッドし、乾燥後、スチーミングまたは乾熱によって固着することができる。

【0040】セルロース繊維材料に対して捺染を行う場

合は、一相で、例えば重炭酸ナトリウムまたはその他の酸結合剤を含有する捺染ペーストで印捺し、次いで100～160℃でスチーミングすることによって、あるいは二相で、例えば中性または弱酸性捺染ペーストで印捺し、これを熱い電解質含有アルカリ性浴に通過させ、またはアルカリ性電解質含有パジング液でオーバーパジングし、スチーミングまたは乾熱処理することによって、実施することができる。捺染ペーストには、例えばアルギン酸ナトリウムや澱粉エーテルのような糊剤または乳化剤が用いられ、所望により、例えば尿素のような通常の捺染助剤および／または分散剤が併用される。

【0041】セルロース繊維上に本発明化合物を固着させるのに適した酸結合剤は、例えばアルカリ金属の水酸化物、アルカリ金属またはアルカリ土類金属と無機酸または有機酸との水溶性塩基性塩、加熱状態でアルカリを遊離する化合物などであることができる。特に、アルカリ金属の水酸化物および、弱いし中程度の強さの無機酸または有機酸のアルカリ金属塩が挙げられ、なかでもナトリウムまたはカリウムの水酸化物、ナトリウム塩およびカリウム塩が好ましい。このような酸結合剤として具体的には、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、重炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム、ギ酸ナトリウム、炭酸カリウム、第一、第二または第三リン酸ナトリウム、ケイ酸ナトリウム、トリクロロ酢酸ナトリウムなどが挙げられる。

【0042】天然または合成ポリアミド繊維材料およびポリウレタン繊維材料の染色は、通常はまず酸性ないし弱酸性の染浴からpH値の制御下に吸尽させ、次に中性、または場合によりアルカリ性にpH値を変化させて固着させることにより、行うことができる。染色は通常、60～120℃程度の温度で実施できる。良好な均染性を達成するためには、通常の均染剤、例えば塩化シアヌルとその3倍モルのアミノベンゼンスルホン酸またはアミノナフタレンスルホン酸との縮合生成物あるいは、例えばステアリルアミンとエチレンオキサイドとの付加生成物を用いることもできる。

【0043】

【発明の効果】本発明化合物は、ヒドロキシル基含有および／またはアミド基含有材料に対する染色および捺染において、優れた性能を発揮する点に特徴がある。特にセルロース繊維材料の染色に好適であり、これを用いて得た染色物は、良好な耐光性と耐汗日光性、優れた耐湿潤性、例えば耐洗濯性、耐過酸化洗濯性、耐塩素性、耐汗性、耐酸加水分解性および耐アルカリ性を有し、さらに、良好な耐摩擦性と耐アイロン性を有する。

【0044】また、優れたビルドアップ性、均染性およびウオッシュオフ性、さらに良好な溶解性と吸尽・固着性を有する点、染色温度や染浴比の変動による影響を受けにくく、安定した品質の染色物が得られる点において特徴を有する。さらには、得られた染色物のフィックス処理時や樹脂加工時における変色が少なく、保存時の塩基性物質との接触による変化が少ないことも特徴である。

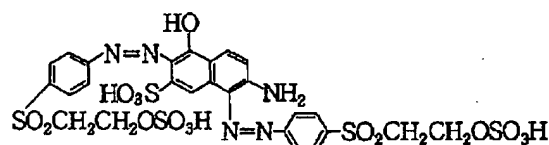
【0045】

【実施例】以下、実施例により本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例によって限定されるものではない。例中、部は重量部を表す。

【0046】実施例1

1-アミノ-4-(β-スルファートエチルスルホニル)ベンゼン5.63部を常法に従ってジアゾ化した。このジアゾ化合物に、冷却下、7-アミノ-4-ヒドロキシナフタレン-2-スルホン酸4.79部の中性水溶液を加え、pH0～3でカップリングさせた。得られたモノアゾ化合物に、1-アミノ-4-(β-スルファートエチルスルホニル)ベンゼン5.63部を常法に従ってジアゾ化して得たジアゾ化合物を加え、温度0～40℃、pH4～8でカップリングさせた。得られた生成物を塩析することにより、遊離酸の形で下式で示されるビスアゾ化合物を得た。

【0047】



【0048】(λ_{max} = 498nm、水性媒体中)

【0049】実施例2

実施例1において使用した1-アミノ-4-(β-スルファートエチルスルホニル)ベンゼン(第2カップリング用)、7-アミノ-4-ヒドロキシナフタレン-2-スルホン酸および1-アミノ-4-(β-スルファートエチルスルホニル)ベンゼン(第1カップリング用)の代わりに、それぞれ下表中、第2欄、第3欄および第4欄の化合物を用い、実施例1と同様の方法で、対応するビスアゾ化合物の合成を行った。その後、塩析または蒸発乾燥することにより、各々のビスアゾ化合物を得、さらにそれを用いて木綿布を染色して下表第5欄に示す色調の染色物を得た。

【0050】

【表1】

第1欄	第2欄	第3欄	第4欄	第5欄
1				オレンジ色
2				オレンジ色
3		"	"	スカーレット色
4			"	赤色
5		"		オレンジ色

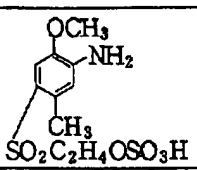
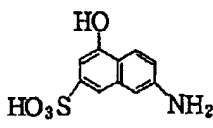
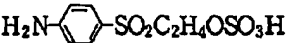
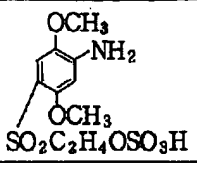
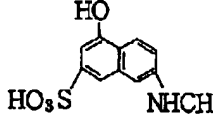
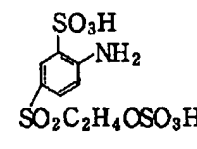
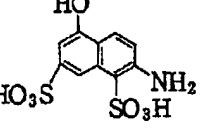
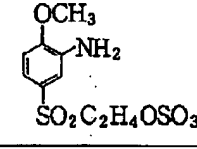
【0051】

【表2】

第1欄	第2欄	第3欄	第4欄	第5欄
6				スカーレット色
7		"	"	"
8		"		赤色
9				スカーレット色
10				"

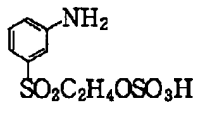
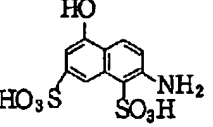
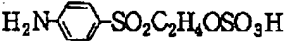
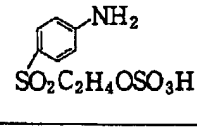
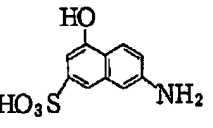
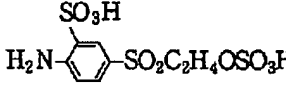
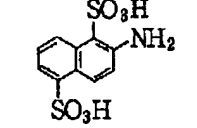
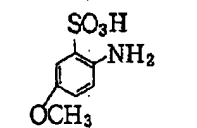
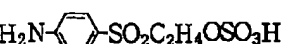
【0052】

【表3】

第1欄	第2欄	第3欄	第4欄	第5欄
11				オレンジ色
12			"	"
13			"	"
14		"	"	"

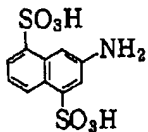
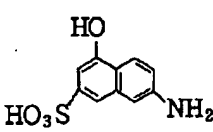
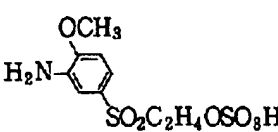
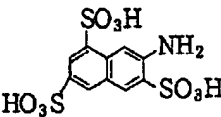
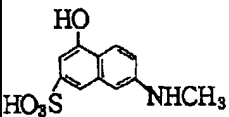
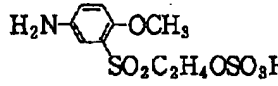

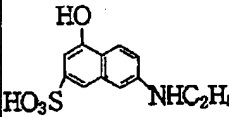
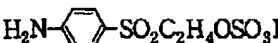

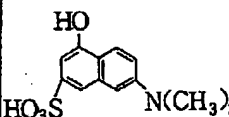
【0053】

【表4】

第1欄	第2欄	第3欄	第4欄	第5欄
15				オレンジ色
16				"
17		"	"	スカーレット色
18		"		"

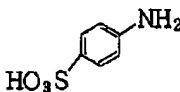
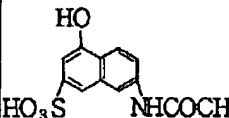
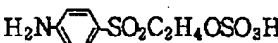
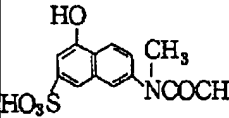
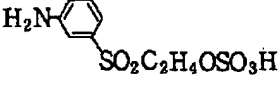
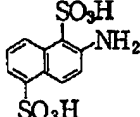
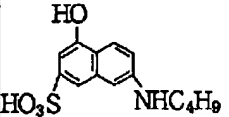
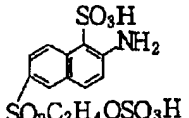
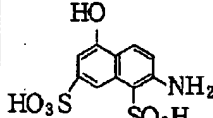
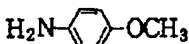
【0054】

【表5】

第1欄	第2欄	第3欄	第4欄	第5欄
19				スカーレット色
20				赤 色
21				オレンジ色
22			"	"

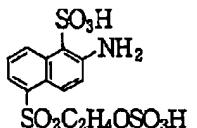
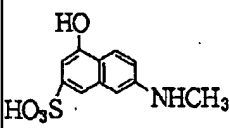
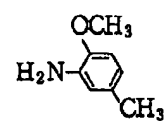
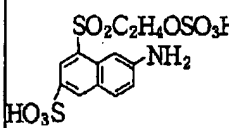
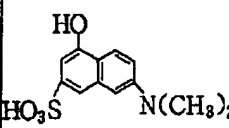
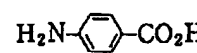
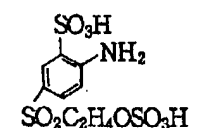
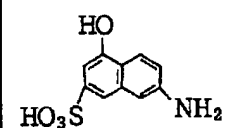
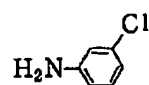
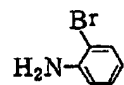
【0055】

【表6】

第1欄	第2欄	第3欄	第4欄	第5欄
23				オレンジ色
24	"			"
25			"	スカーレット色
26				赤 色

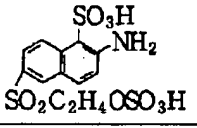
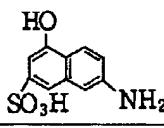
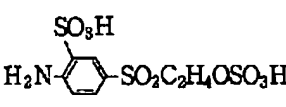
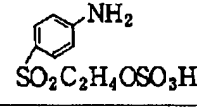
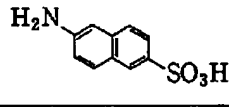

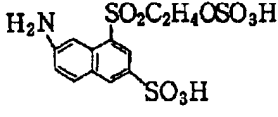
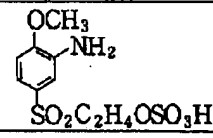
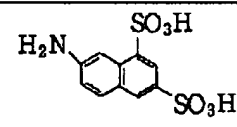
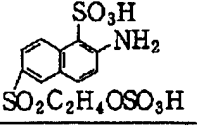
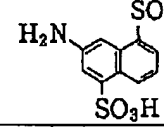
【0056】

【表7】

第1欄	第2欄	第3欄	第4欄	第5欄
27				赤色
28				スカーレット色
29				オレンジ色
30	"	"		"

【0057】

【表8】

第1欄	第2欄	第3欄	第4欄	第5欄
31				スカーレット色
32		"		"
33		"		オレンジ色
34		"		"
35		"		スカーレット色

【0058】

【表9】

第1欄	第2欄	第3欄	第4欄	第5欄
36				スカーレット色
37				"
38		"		"
39		"	"	赤色
40				スカーレット色

【0059】実施例3

実施例1および2で得た各々のビスアゾ化合物0.1、0.3および0.6部を、それぞれ水200部に溶解し、芒硝10部と木綿10部を加え、60℃に昇温し、炭酸ナトリウム4部を加えて1時間染色した。水洗、ソーピング、水洗、そして乾燥を行い、諸堅牢度に優れ、良好なビルドアップ性を有するオレンジ色ないし赤色の染色物を得た。

【0060】実施例4

実施例1および2で得た各々のビスアゾ化合物を用いて、以下の組成を持つ色糊を調製した。

【0061】

ビスアゾ化合物	5部
尿素	5部
アルギン酸ナトリウム(5%)元糊	50部
熱湯	25部
重炭酸ナトリウム	2部
水	13部

【0062】この色糊をシルケット加工綿ブロード上に印捺し、中間乾燥後、100℃で5分間スチーミングを行い、湯洗い、ソーピング、湯洗い、そして乾燥し、諸堅牢度に優れたオレンジ色ないし赤色の捺染物を得た。